

пытаний этих характеристик [1]. В ходе проведения работы нами были созданы 8 образцов для контроля различных типов почв. Они аттестованы в соответствии с нормативным документом [2] на ряд агрохимических показателей.

Ряд образцов успешно использовался для проведения межлабораторных сравнительных испытаний рабочей группой координатора ГОУВПО «УдГУ» [3] (свидетельство Ростехрегулирования № K01.019). Так же созданные ОК могут быть использованы в эко-аналитических лабораториях для целей внутрилабораторного контроля качества выдаваемых результатов, проверки стабильности градуировочных характеристик средств измерений, оценивания измерительных возможностей при выполнении анализов почв.

1. ГОСТ 8.315 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.

2. Р 50.2.058–2007 Оценивание неопределенностей аттестованных значений стандартных образцов. Москва: Стандартинформ, 2008. – 28 с.

3. Р 50.4.006–2002 Межлабораторные сравнительные испытания при аккредитации и инспекционном контроле испытательных лабораторий. Методика и порядок проведения. Г. Екатеринбург: Изд-во УрГУ, 2005. – 50 с.

## **ФОРМИРОВАНИЕ СЕЛЕКТИВНОГО И НЕСЕЛЕКТИВНОГО СИГНАЛОВ ПРИ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОМ АНАЛИЗЕ ВЫСОКОМИНЕРАЛИЗОВАННЫХ ПРОБ С ПОМОЩЬЮ ВОЛЬФРАМОВОГО СПИРАЛЬНОГО АТОМИЗАТОРА**

*Злобина А.Л., Васильева Н.Л., Пупышев А.А.*

Уральский федеральный университет

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Вольфрамовый спиральный атомизатор (ВСА) применяется в серийном атомно-абсорбционном спектрометре «Спираль-17» преимущественно для анализа проб с низким солевым содержанием (различные типы вод, кислоты, а также образцы с удаленной матрицей). Объекты, имеющие более сложный матричный состав (биологические пробы, минеральная и морская вода и др.), интересны с точки зрения расширения возможностей вольфрамового спирального атомизатора. Но при анализе высокоминерализованных объектов возникают различные спектральные и неспектральные помехи, ухудшающие пределы обнаружения элементов.

Для исследования возможностей ВСА в атомно-абсорбционном анализе высокоминерализованных проб и выяснения причин возникающих помех были выбраны матрицы  $\text{NaCl}$ ,  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$  и  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ . Данные матрицы составляют основной солевой состав высокоминерализованных проб, образуют на стадии пиролиза различные количества конденсированного остатка, проявляют на стадии атомизации различные уровни неселективного поглощения и ослабления селективного сигнала. Исследования проведены на длинах волн ( $\lambda$ ) 228,8, 242,8 и 279,5 нм ( $\text{Cd}$ ,  $\text{Au}$  и  $\text{Mn}$ ).

Показано, что появление неселективного сигнала поглощения в случае хлорида и нитрата натрия происходит при концентрации соли выше  $0,005 \text{ г/дм}^3$ , проявляется наиболее сильно для хлорида натрия, возрастает с увеличением концентрации матричных солей в растворе пробы и снижением аналитической длины волны определяемого элемента. Для солей аммония не обнаружено заметного проявления неселективного сигнала поглощения. Это свидетельствует о том, что возникающие помехи неселективного поглощения в большей степени вызваны рэлеевским рассеянием света на конденсированных частицах. В случае хлорида натрия, по-видимому, имеет место и значительный вклад молекулярного поглощения, т.к. при импульсной атомизации в аналитическую зону может попадать большое количество молекул  $\text{NaCl}$ . Соли аммония не вызывают заметного неселективного сигнала, что обусловлено испарением компонентов матрицы на стадии пиролиза.

Установлено, что ослабление селективного сигнала поглощения сильнее выражено в случае хлорида натрия и проявляется при концентрации матрицы выше  $0,005 \text{ г/дм}^3$  для хлорида и  $0,01 \text{ г/дм}^3$  для нитрата натрия. Соли аммония не оказывают заметного влияния на ослабление сигнала атомного поглощения. Обратное коррелирование развития неселективного сигнала поглощения и ослабления селективного сигнала подтверждает гипотезу [1] о взрывообразном развитии процессов испарения и атомизации на ВСА, что приводит к уменьшению времени пребывания атомов в аналитической зоне.

ВСА целесообразно использовать в области коротких длин волн ( $\lambda < 270 \text{ нм}$ ) для анализа объектов с концентрацией солей натрия и кальция до  $0,01 \text{ г/дм}^3$ , а при  $\lambda > 270 \text{ нм}$  - до  $1,0 \text{ г/дм}^3$ .

1. Пупышев А.А. Использование термодинамики для описания, изучения и управления термохимическими процессами в источниках атомизации и возбуждения спектров: Дис. ... докт. хим. наук. Г. Екатеринбург, 1994. 551 с.